

§03016

濃縮 *d*- α -生育醇

d- α -Tocopherols Concentrate

1. **含量**：總生育醇含量不得低於 40.0 %，且其中 *d*- α -生育醇($C_{29}H_{50}O_2$)含量不得低於總生育醇量之 95.0 %。
2. **性質**：本品為維生素 E 之一種，係由食用植物油製品以減壓蒸汽蒸餾法製得，主要含 *d*- α -生育醇。本品可添加食物植物油以調整總生育醇含量，或以適當之物理及化學方法調整 *d*- α -生育醇含量。
本品外觀呈紅色、透明且具黏性之油狀物、幾乎無臭；置於空氣中或光線照射下會慢慢氧化而變暗色。
本品不溶於水，可溶於乙醇，並可與乙醚、丙酮、氯仿及植物油互相混溶。
3. **鑑別**：
 - (1)取本品約 50 mg 溶於無水酒精 10 mL 中，然後一邊旋拌，一邊加入硝酸 2 mL，然後於約 75°C 下加熱 15 分鐘，則此溶液呈現鮮紅～橙色。
 - (2)檢品溶液層析譜之主峰(溶媒峰除外)若與分析時之內部標準品峰比較，其滯留時間(retention time)與標準品一致。
4. **酸度**：取本品 1 g，加以酚酞試液為指示劑經 0.1N 氫氧化鈉中和之乙醇與乙醚等容混液 25 mL，加酚酞試液 0.5 mL，用 0.1N 氫氧化鈉滴定至液呈淡紅色持續 30 秒，其 0.1N 氫氧化鈉液消耗量不得超過 1.0 mL。
5. **重金屬**：取本品 0.5 g，按照重金屬檢查第 II 法(附錄 A-7)檢查之，其所含重金屬(以 Pb 計)應在 0.004 % 以下。
6. **鉛**：取本品 1.0 g，按照鉛試驗法(附錄 A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在 10 ppm 以下。
7. **比旋光度**：取相當於總生育醇 100 mg 之本品，精確稱定，置於分液漏斗中加乙醚 50 mL 溶解之。再加溶於氫氧化鈉溶液(1→125)之 10 % 鐵氰化鉀溶液 20 mL，振搖 3 分鐘，以每次水 50 mL 洗乙醚層四次，洗液棄之，乙醚層用無水硫酸鈉脫水後在水浴上減壓濃縮至約剩 7~8 mL，然後離開水浴，趕走殘餘的乙醚後，立即將殘渣溶於異辛烷(isooctane) 5.0 mL 中，按照旋光度測定法(附錄 A-11)測定之，其比旋光度 $[\alpha]_D^{25}$ 不得低於 +24°。
8. **含量測定**：
 - (1)內部標準溶液製備：
取 hexadecyl hexadecanoate 約 60 mg，精確稱定，置於 200 mL

容量瓶中，以吡啶，無水丙酸(2：1)定容至 200 mL，作為內部標準品溶液。

(2)標準溶液製備：

取 α -生育醇標準品各約 12、25、37 及 50 mg，精確稱定，分別置於有 19/38 磨砂玻璃瓶頸的 50 mL 三角瓶中，並分別加入內部標準品 25.0 mL，混合後在水冷凝式冷凝裝置迴流 10 分鐘，作為標準溶液。

(3)檢品溶液製備：

取約 60 mg 之本品，精確稱定，置於另一 50 mL 三角瓶中，加入內部標準品 10.0 mL 混合，在與製備標準溶液之同樣裝置下迴流 10 分鐘，作為檢品溶液。

(4)定量：

先注入標準溶液 2-5 μ L 於氣相層析儀中，計算相對反應係數 F

$$F = \frac{A_S}{A_I} \times \frac{C_I}{C_S}$$

A_S = 標準溶液中丙酸 α -生育醇酯之波峰面積

A_I = 標準溶液中 hexadecyl hexadecanoate 之波峰面積

C_S = 標準溶液中丙酸 α -生育醇酯之濃度(mg/mL)

C_I = 標準溶液中 hexadecyl hexadecanoate 之濃度(mg/mL)

F 值為經連續注射所求得之常數(三次計算值在 2% 的範圍內)

再注入檢品溶液(2-5 μ L)於氣相層析儀中，由下列公式計算各種形式生育醇的含量百分比。

$$\delta\text{-生育醇之含量} = \frac{C_I \times a_\delta}{F \times a_I \times W} \times 100(\%)$$

$$\beta\text{-和 } \gamma\text{-生育醇之含量} = \frac{C_I \times a_{\beta+\gamma}}{F \times a_I \times W} \times 100(\%)$$

$$\alpha\text{-生育醇之含量} = \frac{C_I \times a_\alpha}{F \times a_I \times W} \times 100(\%)$$

F = 相對表現係數

C_I = 標準溶液中 hexadecyl hexadecanoate 之濃度(mg/mL)

a_δ = 檢品溶液丙酸 δ -生育醇酯之波峰面積

$a_{\beta+\gamma}$ = 檢品溶液丙酸 β -和 γ -生育醇酯之總波峰面積

a_α = 檢品溶液丙酸 α -生育醇酯之波峰面積

a_I = 檢品溶液中 hexadecyl hexadecanoate 之波峰面積

W=檢品重量(g)

氣相層析條件：

檢出器：氬氦離子化檢出器

層析管：內徑 4 mm，長度 2 m 之硼矽玻璃管柱

層析管用填充劑：酸鹼洗過之矽化矽藻土(80~100 mesh)上覆被
有 2~5%之 methyl polysiloxane

層析管溫度：260~280℃

注入器溫度：290℃

檢出器溫度：300℃

移動相氣體流速：調整 hexadecyl hexadecanoate 波峰出現在 12~
14 分鐘

註：定量前先進行氣相層析系統相適性分析；將檢品溶液注入適當
的次數作層析，以確定當內部標準品波峰之相對滯留時間為
1.00 時， δ -生育醇酯之波峰滯留時間約 0.5， β -和 γ -生育醇酯之
波峰滯留時間約在 0.63，其分離係數 R 不得低於 2.5。